МАШИНОСТРОЕНИЕ И МАШИНОВЕДЕНИЕ
MACHINE BUILDING AND MACHINE SCIENCE



УДК 669.-175.2:621.7.022.6 https://doi.org/10.23947/1992-5980-2018-18-4-401-407

К вопросу о наноразмерных явлениях в процессе электроакустического напыления*

В. Х. Аль-Тибби[1], В. С. Минаков[2]**
[1, 2] Донской государственный технический университет, г. Ростов-на-Дону, Российская Федерация

On nanoscale phenomena in the electroacoustic sputtering process***

W. H. Al-Tibbi[1], V. S. Minakov[2]**
[1, 2] Don State Technical University, Rostov-on-Don, Russian Federation

Введение. Исследовано действие варьируемых параметров процесса электроакустического напыления (ЭЛАН) на характеристики кристаллической структуры упрочняющих покрытий. Выявлены значения указанных параметров, обеспечивающие получение наноструктурных защитных покрытий деталей машин и режущего инструмента. Упрочнение при помощи подобных покрытий позволяет достичь значительного (в 5–10 раз) повышения ресурса работы упрочняемых деталей и инструментов, предназначенных для механообработки. Для получения покрытий с заданными свойствами поверхностного слоя следует выбирать нанокристаллические материалы. При этом допустимо определенное содержание аморфной фазы.
Материалы и методы. Использован рентгеноструктурный анализ, который проводился на рентгеновском дифракционном аппарате отечественного производства «ДРОН-3М». Метод Шеррера — Вилсона применен с целью определения зернистости блоков частиц по значению физического уширения пиков дифрактограммы. Выводы по результатам работы основаны на методике разделения вкладов значащих факторов в уширение пиков дифракционных отражений (метод Уоррена — Авербаха).
Результаты исследования. В зависимости от технологических режимов и метода получения наноструктурных материалов происходит неоднозначно интерпретируемое изменение показателей уширения дифракционных пиков, что, в общем, характерно для нанокристаллических металлов. Это явление можно объяснить, в частности, наличием наноразмерного эффекта в упрочненном слое. Присутствие нанокристаллической структуры в напыленном слое напрямую подтверждается вычисленными значениями размеров областей когерентного рассеивания (ОКР). Наличие значимых величин угла разориентирования структуры кристаллов подтверждается величиной ОКР для исследованных рефлексов 110 и 220, что подкрепляется высоким процентным содержанием аморфной фазы.

Introduction. The effect of variable parameters of the electroacoustic sputtering (ELAS) process on the characteristics of the crystalline structure of hardening coatings is studied. The ELAS parameter values providing nanostructured cover coatings for machine parts and cutting tools are determined. Hardening through using such coatings allows achieving a significant (5-10 times) increase in the life of hardenable machine parts and various tools designed for mechanical processing. To obtain coatings with the desired properties of the surface layer, nanocrystalline materials should be selected. In this case, a certain content of the amorphous phase is permissible.
Materials and Methods. To carry out the X-ray structural analysis, the X-ray diffraction Russian-made device DRON-3M was used. The Scherrer-Wilson method was applied to determine the granularity of particle blocks from the value of the intrinsic broadening of the diffractogram peaks. The conclusions obtained in this paper are based on the method of separation of the affecting factor contributions into broadening the diffraction reflection peaks (the Warren-Averbach method).
Research Results. Depending on the process conditions and the technique for obtaining nanostructured materials, a non-uniquely interpretable change in the indices of the diffraction peaks broadening occurs, which is generally characteristic of nanocrystalline metals. One of the possible explanations for this phenomenon is the presence of a nanosized effect in the hardened layer. The occurrence of the nanocrystalline structure in the sputtered layer verifies the calculated values of the dimensions of the coherent scattering regions (CSR). The occurrence of affecting values of the misorientation angle of the crystal structure is verified by the CSR value for the investigated 110 and 220 reflexes, which is supported by a high percentage of the amorphous phase.

* Работа выполнена в рамках инициативной НИР.
** E-mail: nb1979@mail.ru, vs_minakov@mail.ru
*** The research is done within the frame of the independent R&D.

Обсуждение и заключения. Метод электроакустического напыления перспективен для получения нанокристаллических структур в поверхностном и приповерхностном слоях напыленных образцов. Изменение технологических параметров ЭЛАН приводит к разбросу значений параметров кристаллической решетки и областей когерентного рассеивания. В этом случае не выявляется определенная тенденция. В дальнейшем предполагается решение данной проблемы. Во-первых, будут проведены эксперименты с целью определения оптимальных режимов напыления, способствующих образованию нанокристаллических структур. Во-вторых, планируется визуальное наблюдение и оценка структуры напыляемого слоя при помощи электронной микроскопии.

Discussion and Conclusions. The electroacoustic scattering method is promising for obtaining nanocrystalline structures in the surface and subsurface layers of the sprayed samples. The ELAS process variables variation leads to the parameter spread of the crystal lattice and coherent scattering areas. In this case, there is no definite trend. In the future it is expected to solve the given problem. First, experiments will be conducted to determine the optimal sputtering regimes that could stimulate the formation of nanocrystalline structures. Secondly, visual observation and evaluation of the sprayed layer structure using electron microscopy is planned.

Ключевые слова: нанокристаллические структуры, упрочняющие покрытия, кристаллическая решетка, дифрактометрические исследования, электроакустическое напыление.

Keywords: nanocrystalline structures, hardening coatings, crystal lattice, diffractometric studies, electroacoustic sputtering.

Образец для цитирования: Аль-Тибби, В. Х. К вопросу о наноразмерных явлениях в процессе электроакустического напыления / В. Х. Аль-Тибби, В. С. Минаков // Вестник Дон. гос. техн. ун-та. — 2018. — Т. 18, № 4. — С. 401-407. https://doi.org/10.23947/1992-5980-2018-18-4-401-407

For citation: W.H. Al-Tibbi, V.S. Minakov. On nanoscale phenomena in the electroacoustic sputtering process. Vestnik of DSTU, 2018, vol. 18, no. 4, pp. 401-407. https://doi.org/10.23947/1992-5980-2018-18-4-401-407

Введение. Получение наноструктурных упрочняющих покрытий является актуальной и перспективной технической задачей [1, 2]. Многочисленные исследования в области материаловедения показали, что ощутимое (в несколько раз) изменение прочности, твердости, износостойкости материалов возможно при уменьшении кристаллических зерен до определенного значения.

В рамках данного исследования предполагается изучение кристаллической микроструктуры упрочняющих покрытий с использованием способа электроакустического напыления (ЭЛАН) [3, 4, 5]. Такое упрочнение предполагает использование электрической искры (высококонцентрированный поток энергии) и ультразвуковых колебаний продольно-крутильной направленности. ЭЛАН-упрочнение с использованием специализированной установки позволяет в 5–10 раз повысить ресурс работы деталей и инструментов.

В работе технологические параметры ЭЛАН варьируются с целью выявления их значений, способствующих получению наноструктурных защитных покрытий деталей и режущего инструмента. Для создания защитных покрытий с требуемыми свойствами нередко используют сплавы в аморфном состоянии. Однако по распространенности нанокристаллические материалы в некоторых областях уже опередили аморфные. Нанокристаллы в гораздо меньшей степени релаксируют в процессе использования покрытия и по свойствам не уступают аморфным материалам. Очевидно, что для получения покрытий с заданными и стабильными свойствами поверхностного слоя следует выбирать нанокристаллические материалы, пусть и с определенным содержанием аморфной фазы.

Материалы и методы. Для выявления в поверхностном слое нанокристаллических материалов активно используются резонансные методы, методы рентгеноструктурного анализа, электронная микроскопия и др. [2]. В представленной работе для оценки параметров микроструктуры применяется наиболее доступный метод, основанный на выявлении уширений дифракционных отражений при рентгеноструктурном анализе образцов. Для рентгеноструктурного анализа использован рентгеновский дифракционный аппарат российского производства «ДРОН-3М». Анализировалось характеристическое излучение железного анода с выделением λK_{α} — спектральной линии образца, а также детектора. Характеристики рентгеновской трубки: 25 кВ, 5 мА. Использовался метод фокусировки излучения по Брэггу — Брентано [6]. Выбранные параметры детектора: скорость движения — 1 град/мин, время интегрирования — 5 с. При определении расстояний между плоскостями измерения ошибка составила ± 0,001 Å, что аналогично определению положения дифракционных максимумов с точностью ± 0,02 градуса. Исследовались образцы цилиндрической формы из стали 45. Диаметр и высота образца — 6 мм.

Для идентификации образцов на лицевой поверхности каждого из них наносились специальные метки при помощи ЭЛАН. В качестве эталона был выбран не близкий к чистому α-Fe, а образец без напыления из стали 45.

Результаты исследования. Полученные в ходе работы профили представлены на рис. 1.

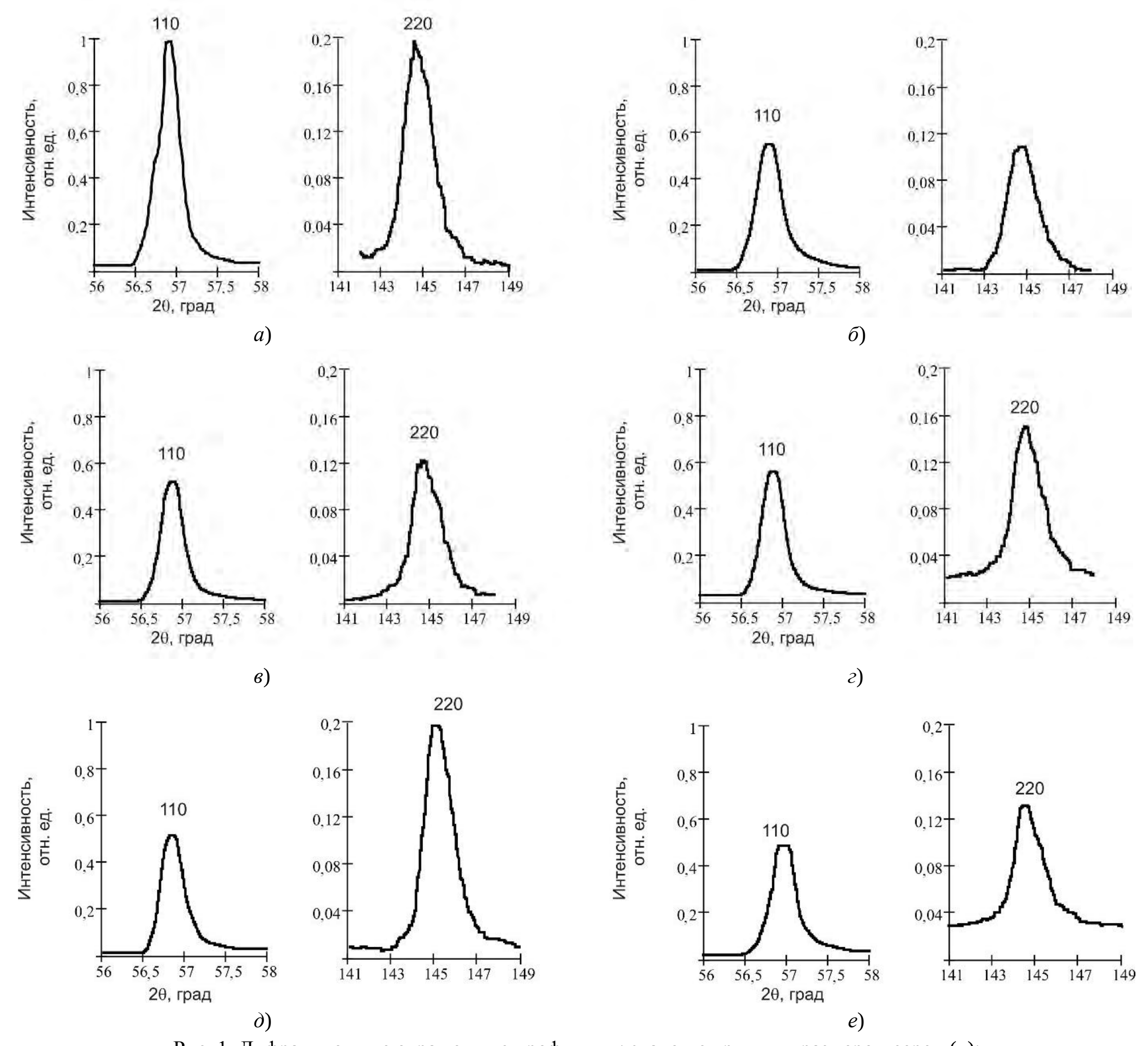


Рис. 1. Дифракционные отражения с профилями: эталон с крупным размером зерен (*а*);
образец для напыления (*U* = 16,9 В, *A* = 4,9 мкм) (*б*); *U* = 13,1 В, *A* = 15,2 мкм (*в*); *U* = 12,9 В, *A* = 9,9 мкм (*г*);
U = 12,9 В, *A* = 5,1 мкм (*д*); *U* = 9,1 В, *A* = 15,1 мкм (*е*)

Форма дифракционных профилей для эталонного образца приведена на рис. 1 (*а*), для образцов с нанесенным покрытием на приведенных режимах — на рис. 1 (*б*) — (*е*). Варьируемые параметры ЭЛАН — напряжение электрода-анода (*U*) и величина амплитуды (*A*) колебаний ультразвуковой частоты.

Дифрактограммы эталонного и исследуемого образца демонстрируют отношение значений интенсивностей. По этим данным рассчитывалось соотношение кристаллизовавшегося и аморфного материала. Вклад текстурной составляющей не учитывался.

Анализ экспериментальных данных позволяет сделать вывод, что основной фазой в большинстве исследуемых образцов является α — Fe. Метод Шеррера — Вилсона (наиболее подходящий в данном случае) был использован с целью определения зернистости блоков частиц по значению физического уширения пиков дифрактограммы [7]. В табл. 1 представлены сводные данные по результатам исследования:

— физическое уширение β,
— межплоскостное расстояние *d*,
— размерный параметр кристаллической решетки *a*,
— размер областей когерентного рассеивания.

Таблица 1

Расчетные параметры кристаллической структуры и данные дифрактограмм

Параметр / образец	Рефлекс											
	110						220					
	1	2	3	4	5	эт.	1	2	3	4	5	эт.
$\beta \cdot 10^{-3}$, рад	2,01	1,71	1,68	1,81	1,95	1,39	8,47	8,34	8,62	8,87	10,01	8,06
2θ, град	56,916	56,86	56,926	56,876	56,976	57,2	144,66	144,7	144,78	144,91	144,53	144,4
d, Å	2,026	2,028	2,025	2,027	2,024	2,019	1,013	1,0129	1,0126	1,0122	1,0132	1,0129
a, Å	2,8553	2,8581	2,8539	2,8567	2,8525	2,8465	2,8539	2,8561	2,8553	2,8793	2,8571	2,8571
D, нм	111	130	131	123	114	–	76	77	75	73	64	–
Содержание аморфной компоненты, %	59	55	57,5	53,5	51	–	59	75	81	98	79	–

В качестве основных выделены рефлексы 110 и 220.

Данные табл. 1 ясно говорят о значительном уширении дифракционных пиков. Логично предположить, что такая ширина в нашем случае обусловлена в большей мере мелкодисперсной структурой кристаллитов, чем дислокационными микронапряжениями поверхностного слоя. Для подтверждения данного вывода вклады от указанных факторов оценены методом Уоррена — Авербаха [8]. В пользу сформулированного выше предположения косвенно свидетельствует смещение на дифрактограммах центра тяжести пиков с одновременным увеличением параметра решетки *a* до 1,15–1,17 %. Само смещение невелико, но ощутимо (выражается в сотых долях градуса).

Рассмотрим явления, происходящие при изменении значений технологических режимов (электрического напряжения и амплитуды колебаний), и их влияние на величину уширения пиков дифрактограммы в зависимости от размерного параметра решетки (рис. 2).

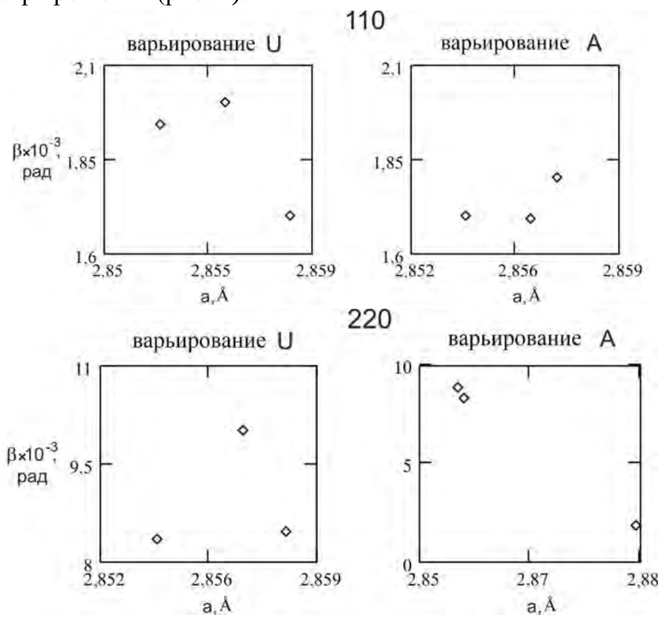


Рис. 2. Влияние варьирования режимов ЭЛАН на зависимость параметра решетки *a* от величины уширения пиков дифрактограмм β

Как и предполагалось, изменение режимов напыления влияет на параметр решетки *a* без определенной прослеживаемой зависимости. При этом изменения значений *a* прямо пропорциональны величине уширения линий дифрактограммы. В работе [9] сравнимые пропорциональные зависимости можно наблюдать для различных оксидов.

Такие неоднозначно интерполируемые зависимости свойственны наноструктурным материалам (в частности, металлам) и определяются физическим способом их синтеза [1, 10] (рис. 3).

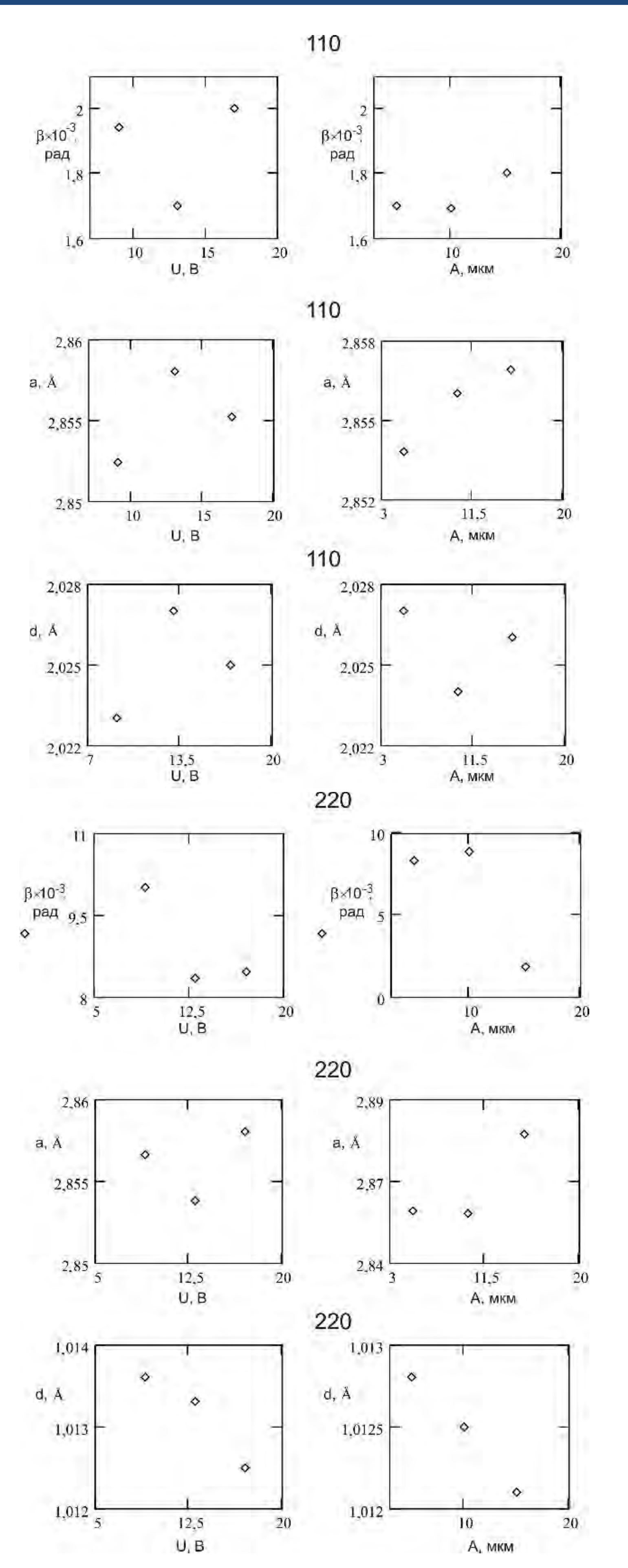


Рис. 3. Влияние варьируемых параметров ЭЛАН на параметры микроструктуры

Возможно, это явление объясняется наличием наноразмерного эффекта в упрочненном слое. Присутствие нанокристаллической структуры в напыленном слое напрямую подтверждается вычисленными значениями размеров областей когерентного рассеивания (ОКР). Наличие значимых величин угла разориентирования структуры кристаллов подтверждается величиной ОКР для исследованного рефлекса 110, а также заметно для рефлекса 220, что подкрепляется высоким процентным содержанием аморфной фазы. Похожие явления могут быть вызваны также высокими значениями углов разориентирования кристаллитов относительно друг друга.

Подводя итоги, можно констатировать, что все вышеперечисленные явления (в том числе размеры областей когерентного рассеивания) прямо подтверждают наличие наноразмерного эффекта [1].

Обсуждение и заключения. Итак, метод электроакустического напыления перспективен для получения нанокристаллических структур в поверхностном и приповерхностном слоях напыленных образцов. Изменение технологических параметров ЭЛАН приводит к появлению указанного в работе разброса значений параметров кристаллической решетки и областей когерентного рассеивания без определенной выявленной тенденции. В дальнейшем указанная проблема будет решена. Этому может способствовать экспериментальное определение оптимальных режимов напыления, обеспечивающих образование нанокристаллических структур. Кроме того, структуру напыляемого слоя можно наблюдать и оценивать с помощью электронной микроскопии.

Библиографический список

1. Гусев, А. И. Нанокристаллические материалы / А. И. Гусев, А. А. Ремпель. — Москва : Физматлит ; Наука, 2001. — 222 с.

2. Валиев, Р. З. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства / Р. З. Валиев, И. В. Александров. — Москва : Академкнига, 2007. — 397 с.

3. Минаков, В. С. Разработка комплексных механических и электрофизических процессов обработки на основе использования энергии трансформируемых ультразвуковых колебаний : дис. … д-ра тех. наук / В. С. Минаков. — Ростов-на-Дону, 1989. — 350 с.

4. Кочетов, А. Н. Барьерно-дислокационный механизм упрочнения деталей машин методом электроакустического напыления : дис. … канд. тех. наук. — Ростов-на-Дону, 1996. — 185 с.

5. Влияние материалов с различными физико-механическими свойствами на износостойкость режущего инструмента, упрочненного методом электроакустического напыления / В. С. Минаков [и др.] // Технологии ремонта, восстановления и упрочнения деталей машин, механизмов, оборудования, инструмента и технологической оснастки : мат-лы 9-й междунар. практ. конф. — Санкт-Петербург, 2007. — С. 23–29.

6. Усманский, Я. С. Физика металлов / Я. С. Усманский, Ю. А. Скаков. — Москва : Атомиздат, 1978. — 445 с.

7. Вишняков, Я. Д. Современные методы исследования структуры деформированных кристаллов / Я. Д. Вишняков. — Москва : Металлургия, 1975. — 104 с.

8. Горелик, С. С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ / С. С. Горелик, Ю. А. Скаков, Л. Н. Расторгуев. — Москва : МИСИС, 1994. — 336 с.

9. Кофанов, Н. Б. О размерных эффектах в титанате бария / Н. Б. Кофанов, Ю. А. Куприна, М. Ф. Куприянов // Известия Академии наук. — 2002. — Т. 66, № 6. — С. 839–841. — (Серия физическая).

10. Аль-Тибби, В. Х. Влияние дисперсности микроструктуры покрытий, получаемых методом электроакустического напыления, на износостойкость режущего инструмента : дис. … канд. тех. наук / В. Х. Аль-Тибби. — Ростов-на-Дону, 2006. — 210 с.

Поступила в редакцию 25.06.2018
Сдана в редакцию 25.06.2018
Запланирована в номер 28.09.2018

Received 25.06.2018
Submitted 25.06.2018
Scheduled in the issue 28.09.2018

Об авторах

Аль-Тибби Висам Хусамович,
доцент кафедры «Автоматизация производственных процессов» Донского государственного технического университета, (РФ, 344000, г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, 1), кандидат технических наук, доцент,
ORCID:http://orcid.org/0000-0002-5400-3149
nb1979@mail.ru

Минаков Валентин Степанович,
профессор кафедры «Автоматизация производственных процессов» Донского государственного технического университета, (РФ, 344000, г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, 1), доктор технических наук, профессор,
ORCID: http://orcid.org/0000-0002-0882-1984
vs_minakov@mail.ru

Authors:

Al-Tibbi, Wisam H.,
Associate professor of the Production Automation Department, Don State Technical University (1, Gagarin sq., Rostov-on-Don, 344000, RF), Cand.Sci. (Eng.), associate professor,
ORCID: http://orcid.org/0000-0002-5400-3149
nb1979@mail.ru

Minakov, Valentin S.,
professor of the Production Automation Department, Don State Technical University (1, Gagarin sq., Rostov-on-Don, 344000, RF), Dr.Sci. (Eng.), professor,
ORCID: http://orcid.org/0000-0002-0882-1984
vs_minakov@mail.ru